

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-60837

(43) 公開日 平成11年(1999) 3月5日

(51) Int.Cl.	特許記号	FI
C 0 8 L 23/10		C 0 8 L 23/10
B 2 9 C 43/02		B 2 9 C 43/02
C 0 8 J 3/12	C E S	C 0 8 J 3/12
3/20	C E S	3/20
5/04	C E S	5/04
		C E S A
		C E S Z
		C E S

審査請求 未請求 請求項の数 8 O L (全 8 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願平9-222418	(71) 出願人	000001258 川崎製鉄株式会社 兵庫県神戸市中央区北本町通1丁目1番28号
(22) 出願日	平成9年(1997) 8月19日	(72) 発明者	梶岡 正彦 千葉県千葉市中央区川崎町1番地 川崎製鉄株式会社技術研究所内
		(72) 発明者	長山 勝博 千葉県千葉市中央区川崎町1番地 川崎製鉄株式会社技術研究所内
		(72) 発明者	内田 祐一 千葉県千葉市中央区川崎町1番地 川崎製鉄株式会社技術研究所内
		(74) 代理人	弁理士 小川 順三 (外1名)

(54) 【発明の名称】 難燃化ポリプロピレンコンパウンドおよびその製造方法、ならびにスタンパブルシートおよびスタンパブルシート成形品

(57) 【要約】

【課題】 室温での粉碎によっても、粉碎後のメッシュ目詰まりが少なく容易に製造し得る抄紙法スタンパブルシート用の難燃化ポリプロピレンコンパウンド、ならびに難燃性に優れかつ目付が均一な抄紙法スタンパブルシートおよびスタンパブルシート成形品を提供すること。

【解決手段】 ポリプロピレン 100重量部に対し、難燃化剤として金属水和物50〜200重量部を含み、最大粒子径が2.00mm以下であることを特徴とする難燃化ポリプロピレンコンパウンドと、これを用いた抄紙法スタンパブルシートおよびスタンパブルシート成形品を提案する。

1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 ポリプロピレン 100重量部に対し、難燃化剤として金属水和物50～200重量部を含み、最大粒子径が2.00mm以下であることを特徴とする難燃化ポリプロピレンコンパウンド。

【請求項2】 難燃化剤としてさらに、リンまたはリン化合物1～50重量部、ハロゲン化合物1～30重量部、酸化アンチモン0.2～25重量部および膨張黒鉛1～50重量部のなかから選ばれるいずれか少なくとも1種を含むことを特徴とする請求項1に記載の難燃化ポリプロピレンコンパウンド。

【請求項3】 ポリプロピレン 100重量部に対し、難燃化剤として金属水和物50～200重量部を溶融混練した後、その混練物を窒素中で粉碎することにより最大粒子径が2,000μ以下であるコンパウンドを得ることを特徴とする難燃化ポリプロピレンコンパウンドの製造方法。

【請求項4】 前記混練物を40℃以下で粉碎することを特徴とする請求項3に記載の製造方法。

【請求項5】 難燃化剤としてさらに、リンまたはリン化合物1〜50重量部、ハロゲン化合物1〜30重量部、酸化アンチモン 0.2〜25重量部および膨張黒鉛1〜50重量部のなかから選ばれるいずれか少なくとも1種を溶融混練することを特徴とする請求項3または4に記載の製造方法。

【請求項6】 請求項1または2に記載の難燃化ポリプロピレンコンパウンドとガラス繊維とからなる原料を抄紙して得たウェブを加熱、加圧してシート化してなることを特徴とするスタンパブルシート。

【請求項7】 前記ガラス繊維の含有量が、シート総重量に対して70～80重量%であることを特徴する請求項6に記載のスタンパブルシート。

【請求項8】 請求項6または7に記載のスタンパブルシートを、加熱膨張し、圧縮成形してなることを特徴とするスタンパブルシート成形品。

【発明の詳細な説明】

{ 0 0 0 1 }

【発明の属する技術分野】本発明は、難燃性に優れた抄紙法スタンパブルシートを製造するのに適する難燃化ポリプロピレンコンパウンドとその製造方法、ならびに、その難燃化ポリプロピレンコンパウンドを用いた抄紙法スタンパブルシートおよびスタンパブルシート成形品に関する。

[0002]

【従来の技術】ポリプロピレンと強化繊維とからなる、抄紙法により製造される抄紙法スタンパルシート（例えば、特開昭60-15827号公報参照）は、比強度や比剛性、衝撃強度などの力学特性や成形性に優れるため、近年、いろいろな製品の素材として急速に普及しつつある。

【0003】しかしながら、ポリプロピレンは燃えやす

(2)

特開平 1 1 - 6 0 8 3 7

2

いという欠点がある。そのため、抄紙法スタンパブルシートに難燃性が要求される場合には、スタンパブルシート中に各種難燃化剤を添加することが考えられる。

【0004】この抄紙法スタンパブルシート中に難燃化剤を添加する手段として、例えば、以下に示す方法が考えられる。

②. 抄紙工程で難燃化剤を直接添加する方法。

②. 予め、樹脂または強化繊維などの原料に難燃化剤をバインダーなどで付着させる方法。

③. 予め、樹脂と難燃化剤を熔融混練する方法.

【0005】これらの方法のうち、①の方法では、脱泡時に難燃化剤が系外に排出されたりメッシュの目詰まりが生じるといった問題がある。また②の方法では、バンダーによってはシート of 耐熱性及び強度が低下するという問題がある。この点、③の方法では、難燃化剤がシート中に均一に分散するため、最も有利な方法であると言える。しかし、溶融混練物を射出成形等で使用される3mmφ×3mmL程度のペレットにすると、該ペレットは抄紙工程で強化繊維より沈降し易くなり、製造されたシートは不均一になりやすい。

【0006】そこで、抄紙工程時におけるベレットの沈降を防止するために、ベレットを粉砕して粒子径を小さくすることが考えられる。しかし、ポリプロピレンを室温で粉砕すると、剪断発熱により該ポリプロピレンの一部に融着が認められ、粉砕機のメッシュに目詰まりが生じやすく、一方、冷凍粉砕すると、メッシュの目詰まりは少なくなるが生産設備が大型になり、生産性の点で問題があった。

【0007】これに対し、生産性を低下させることなく、溶融混練時にペレット径を小さく（ミニペレット）する手段として、押し出し機のダイノズルを小さくし、かつノズル数を増加させる方法がある。しかし、この方法では、ストランド同士が融着し易くなり、またストランドの径にばらつきが生じやすいという問題があった。さらに、ミニペレットを使用してシート化した場合、シート表面に凹凸が生じやすくなる。凹凸を少なくするために、高圧でシート化した場合には、ガラス繊維が破断し易くなるといった問題が生じる。

[0008]

【発明が解決しようとする課題】本発明の主たる目的は、室温での粉碎によっても、粉碎機のメッシュ目詰まりが少なく容易に製造し得る抄紙法スタンパルシート用の難燃化ポリプロピレンコンパウンドを提供することにある。また、本発明の他の目的は、その難燃化ポリプロピレンコンパウンドを用いて製造した難燃性に優れかつ目付が均一な、抄紙法スタンパルシートおよびスタンパルシート成形品を提供することにある。

[0009]

【課題を解決するための手段】発明者らは、上記目的の実現に向け鋭意研究した、その結果、特定量の金属水和

物を配合することで、室温での粉碎によっても、粉碎品（コンパウンド）の融着によるメッシュ目詰まりが抑制できる。さらに粉碎品の粒径径を特定することにより、目付が均一で、離脱性に優れた抄紙法スタンパブルシートを安価に製造できることを見出した。

【0010】(1) すなわち、本発明の難燃化ポリプロピレンコンパウンドは、ポリプロピレン 100重量部に対し、難燃化剤として金属水合物50〜200重量部を含み、最大粒子径が2.0 $\mu$ m以下であることを特徴とする。なお、この難燃化ポリプロピレンコンパウンドでは、難燃化剤としてさらに、リンまたはリン化合物1〜50重量部、ハロゲン化合物1〜30重量部、酸化アンチモン 0.2〜25重量部および膨張黒鉛 1〜50重量部のなかから選ばれるいずれか少なくとも1種を含むことが好ましい。

【0011】(2) 本発明にかかる経酸化ポリプロピレンコンパウンドの製造方法は、ポリプロピレン 100重量部に対し、経酸化剤として金属水化物50～200重量部を溶解混練した後、その混練物を室温で粉砕することにより、最大粒子径が2.00mm以下であるコンパウンドを得ることを特徴とする。なお、この方法では、前記混練物を40℃以下で粉砕することがより好しく、また、経酸化剤としてさらに、リンまたはリン化合物1～50重量部、ハロゲン化合物1～30重量部、酸化アンチモン 0.2～25重量部および硫酸亜鉛1～50重量部のなかから選ばれるいずれか少なくとも1種を溶解混練することが好ましい。

【００１２】（３）本発明のスタンプابلシートは、上記（１）に記載の難燃化ポリプロピレンコンパウンドとガラス繊維とからなる原料を抄紙して得たウェブを加熱、加圧してシート化してなることを特徴とする。なお、このスタンプابلシートでは、ガラス繊維の含有量は、シート総重量に対して20～80重量％であることが好ましい。

【0013】(4) 本発明のスタンパブルシート成形品は、上記(3)に記載のスタンパブルシートを、加熱膨張し、圧縮成形してなることを特徴とする。

【0014】

【発明の実施の形態】本発明の難燃化ポリプロピレンコンパウンドは、ポリプロピレン 100重量部に対し、難燃化剤として金属水化物 50～200重量部を含む点に一の特徴がある。これにより、室温での粉砕によっても、粉砕機のメッシュ目詰まりが少なく容易に製造し得る難燃化ポリプロピレンコンパウンドを提供することができる。また、本発明の難燃化ポリプロピレンコンパウンドは、最大粒子径が2.00mm以下である点に他の特徴がある。これにより、本発明の難燃化ポリプロピレンコンパウンドを用いれば、目付が均一で、難燃性に優れた抄紙法スタンパブルシートまたはスタンパブルシート成形品を安価に製造できる。

【0015】以下に、本発明の難燃化ポリプロピレンコンパウンドを構成するポリプロピレンと各種難燃化剤に 50

ついて説明する。

【ポリプロピレン】本発明において、ポリプロピレンとしては、ホモポリマーまたはコポリマーのいずれも使用することができ、特に制限はない。また、このポリプロピレンは、スタンパブルシート成形品の力学的特性を高める目的で、その一部をカルボン酸や酸無水物、エポキシ基等で変性したポリプロピレンに置き換えても差し支えない。さらに、このポリプロピレンは、その流動性を、メルトフローレイト（JISK7199、試験温度230℃、荷重2.16kaf）で10g/分以上とすることが、スタンパブルシートへのシート化、ならびに成形性の点から好ましい。

【0016】〔難燃化剤〕

### ①. 金屑水和物

金属水和物は、脱水反応（吸熱反応）により難燃化効果を発揮する他、室温での粉碎によってもメッシュの目詰まりを抑制し得る、ポリプロピレンコンパウンドの必須の成分である。この金属水和物の含有量は、ポリプロピレン 100重量部に対して、50~200重量部、より好ましくは50~150重量部とする。この理由は、金属水和物の含有量が50重量部未満では、難燃性の向上が少ないばかりでなく、室温における粉碎時の剪断発熱のためにメッシュの目詰まりが生じやすくなる。この点、その含有量が50重量部以上になると、コンパウンドそのものの耐衝撃性が十分に低下し、コンパウンドを容易に、すなわち短時間の内に十分な粒子径まで粉碎することが可能になる。一方、その含有量が200重量部を超えると、熔融混練にてポリプロピレンに添加することが困難になり、混練物の粉碎時に遊離する金属水和物が多くなってコンパウンドの難燃性が低下するからである。このような金属水和物としては、水酸化マグネシウムや水酸化アルミニウム等が上市されており、特に性能の点で水酸化マグネシウムが好ましい。

【0017】本発明の難燃化ポリプロピレンコンパウンドは、さらに難燃性を高める目的で、リンまたはリン化合物1〜50重量部、ハロゲン化合物1〜30重量部、酸化アンチモン 0.2〜25重量部および膨張黒鉛1〜50重量部のなかから選ばれるいずれか少なくとも1種の難燃化剤を含有させることが好ましい。ここで、より好ましい難燃化剤の組合せは、リンまたはリン化合物と金属水合物、リンまたはリン化合物と金属水合物と膨張黒鉛、リンまたはリン化合物と金属水合物とハロゲン化合物と酸化アンチモン、リンまたはリン化合物と金属水合物と膨張黒鉛とハロゲン化合物と酸化アンチモンである。

【0018】②. リンまたはリン化合物

リンまたはリン化合物は、燃焼時にリン酸一メタリン酸一ポリメタリン酸のように熱分解して生じるリン酸層、またはポリメタリン酸による脱水反応により生成する炭素質膜が遮熱層を形成し、その遮熱層による断熱と酸素遮断により難燃化効果を発現する。本発明において、

(4)

特開平11-60837

5

このリンまたはリン化合物の含有量は、ポリプロピレン 100重量部に対して1〜50重量部とすることが好ましい。この理由は、リンまたはリン化合物の含有量が1重量部より少ないと、十分な難燃化性能が得られないからである。一方、その含有量が50重量部より多いと、もはやそれ以上の難燃化性能の向上は期待できず、却って力学特性の低下を招くからであり、また価格面でも不利だからである。このようなリンまたはリン化合物において、赤リンやポリリン酸アンモニウムなどが難燃化剤として優れた効果を示す。なかでも赤リンが好ましい。

#### 【0019】③. 膨張黒鉛

膨張黒鉛は、加熱によって膨張するという特長を利用することで形成される膨張層による断熱と酸素遮断により難燃化効果を発揮する。本発明において、この膨張黒鉛の含有量は、ポリプロピレン 100重量部に対して1〜50重量部とすることが好ましい。この理由は、膨張黒鉛の含有量が1重量部より少ないと、十分な難燃化性能が得られないからである。一方、その含有量が50重量部より多いと、もはやそれ以上の難燃化性能の向上は期待できず、却って力学特性の低下を招くからであり、また、価格面でも不利だからである。

#### 【0020】④. ハロゲン化合物

ハロゲン化合物は、燃焼により生成した気相中のラジカルをトラップすることにより難燃化効果を発揮し、その効果は酸化アンチモンの併用により一層大きくなる。また、このハロゲン化合物は、不活性なハロゲンガスの発生による酸素遮断も難燃化効果に有効に働く。本発明において、このハロゲン化合物の含有量は、ポリプロピレン 100重量部に対して1〜30重量部とすることが好ましい。この理由は、ハロゲン化合物の含有量が1重量部より少ないと、十分な難燃化性能が得られないからである。一方、その含有量が30重量部より多いと、もはやそれ以上の難燃化性能の向上は期待できず、却って力学特性の低下を招くからである。また価格面でも不利だからである。このハロゲン系化合物は、酸化アンチモンと併用する場合には、酸化アンチモンに対し重量比で2〜4倍量の含有量とすることが、性能および価格面から有利である。この理由は、ハロゲン系化合物の量が酸化アンチモンに対し重量比で2倍量より少ないと、あるいは4倍量より多いと、十分な難燃化性能の向上が得られないからである。このハロゲン系化合物は、難燃化剤として様々な化合物が上市されており、なかでもポリプロピレンの難燃化にはブrom含有量の多い難燃化剤が好ましい。例えば、DBDE（デカブromジフェニルエーテル）、TBA（テトラブromビスフェノール-A）、HBCD（ヘキサブromシクロデカン）などが、難燃化剤として優れた効果を示す。

#### 【0021】⑤. 酸化アンチモン

酸化アンチモンは、ハロゲン化合物との併用が好ましい。本発明において、この酸化アンチモンの含有量は、

6

ポリプロピレン 100重量部に対して 0.2〜25重量部とすることが好ましい。この理由は、酸化アンチモンの含有量が 0.2重量部より少ないと、十分な難燃化性能が得られないからである。一方、その含有量が25重量部より多いと、もはやそれ以上の難燃性の向上は期待できず、かえって力学特性の低下を招くからである。このような酸化アンチモンとしては、三酸化二アンチモン、四酸化二アンチモン、五酸化二アンチモン等が好適である。

【0022】以上説明したような難燃化剤を適宜組み合わせ使用することにより、各難燃化剤による難燃化作用の相乗効果が得られ、ポリプロピレンコンパウンド、あるいはこのポリプロピレンコンパウンドを用いたスタンパブルシートおよびスタンパブルシート成形品に対し高い難燃性を付与することができる。

【0023】次に、難燃化ポリプロピレンコンパウンドの製造方法について説明する。本発明にかかる難燃化ポリプロピレンコンパウンドの製造方法は、ポリプロピレン 100重量部に対し、難燃化剤として金属水和物50〜200重量部を溶融混練した後、その混練物を室温で粉砕することにより、最大粒子径が2.00mm以下であるコンパウンドを得ることを特徴とする。

【0024】ここで、ポリプロピレンと難燃化剤の溶融混練方法は、特に限定されず、押し出し機やニーダーなどを用いた通常の混練方法を採用することができる。なかでも、粉砕のしやすさから、押し出し機などを用いてペレット状（φ3mm×長さ3mm程度）にするのが最も好ましい。また、こうして得られた溶融混練物の粉砕方法は、特に限定されず、①回転刃と固定刃の間の剪断力を利用してたたき割る方法、②グラインダーのようにすりつぶす方法、③カッターのように傾かく剪断する方法、等が用いられる。なかでも、①のたたき割る方法は、単位時間当たりの処理量が大いため、最も好ましい。なお、粉砕物はさらに分級してもよい。この場合、スクリーンメッシュ付きの粉砕機を用いると粉砕と分級が同時にできるので好ましい。

【0025】本発明では、粉砕時の温度は、室温である。好ましくは40℃以下であり、さらに好ましくは5〜40℃である。この理由は、温度が高すぎると、粉砕時に融着してメッシュの目詰まりが生じやすくなるからである。また本発明では、粉砕物（コンパウンド）の寸法は、最大粒子径で2.00mm以下とする。より好ましくは2.00〜0.01mmとする。この理由は、コンパウンドの最大粒子径が2.00mmを超えると、均一な目付のシートが得難いからである。一方、粒子径が0.01mm未満のコンパウンドは、抄紙工程の多孔性支持体上で脱泡する際に、すり抜けるおそれがあるが、多孔性支持体の目詰まりを起ささない限り実質的な問題は無い。なお、最大粒子径が2.00mm以下である粉砕物を得るには、2mmのスクリーンメッシュ付きの粉砕機を用いるのが好ましい。

【0026】次に、本発明の難燃化ポリプロピレンコン

(5)

特開平11-60837

8

パウンドを用いた抄紙法スタンパブルシートおよびスタンパブルシート成形品について説明する。本発明の抄紙法スタンパブルシートは、難燃化ポリプロピレンコンパウンドとガラス繊維とからなる原料を抄紙して得たウェブを加熱、加圧してシート化してなる。また、本発明のスタンパブルシート成形品は、上記スタンパブルシートを、加熱膨張し、圧縮成形してなる。

【0027】〔ガラス繊維〕本発明の抄紙法スタンパブルシートまたはスタンパブルシート成形品において、ガラス繊維は、繊維径が7~50 $\mu$ m $\phi$ で、繊維長が10~30mmであることが好ましい。この理由は、繊維径が7 $\mu$ m $\phi$ 未満ではスプリングバック力が弱く良好な膨張成形品が得られず、逆に、繊維径が50 $\mu$ m $\phi$ より太いと力学的特性が低下するからである。一方、繊維長が10mmより短いと十分な膨張が得られず、逆に、繊維長が30mmより長いと、抄紙工程で開張が不十分になり均質な膨張成形品が得られないからである。

【0028】スタンパブルシートまたはスタンパブルシート成形品中のガラス繊維の含有量は、20~80重量%が好ましい。好ましくは40~70重量%、より好ましくは50~60重量%である。この理由は、ガラス繊維量が20重量%未満では、十分な機械的強度が得られないからである。一方、ガラス繊維量が80重量%より多いと、ウェブの形成が困難になるとともに、シートまたは膨張成形品の力学的特性が極端に低下し、実用上の問題が生ずるからである。

【0029】〔抄紙法（ウェブの製造方法）〕界面活性剤を含有する水溶液を予め泡立て、この泡液中でガラス繊維と本発明の難燃化ポリプロピレンコンパウンド（粉砕物）を分散させ、この分散液を多孔性支持体上で吸引、泡化する。こうして得られた堆積物を乾燥することにより、不織布状の中間生成物、いわゆるウェブが得られる。このウェブの厚さは、通常1~30mmである。なお、ガラス繊維とポリプロピレンコンパウンドの他にポリプロピレン樹脂を添加してもかまわない。ここで用いられる界面活性剤は、アニオン、ノニオン、カチオン系の何れでもよい。特に、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、やし油脂肪酸ジエタノールアミド等は、ガラス繊維とポリプロピレンコンパウンドを均一に分散させることに優れている点で好ましい。

【0030】〔スタンパブルシートの製造方法〕上記抄紙法で作製されたウェブは、ポリプロピレンコンパウンド中のポリプロピレンと難燃化剤をガラス繊維に十分に含浸させるために加熱、加圧され、さらに加圧下で冷却固化されると、緻密なシート（スタンパブルシート）になる。ここで、シート化におけるウェブの加熱温度は、170~230 $^{\circ}$ C、より好ましくは190~220 $^{\circ}$ Cとすることが好ましい。この理由は、ウェブの加熱温度が230 $^{\circ}$ Cを超えると、ポリプロピレンが熱分解による劣化によって着色し、強度の低下を招くからである。また、シート化

における圧力は、ガラス繊維中にポリプロピレンコンパウンドを十分に含浸させる目的で、3~50 $\text{kgf}/\text{cm}^2$ とするのが好ましい。この理由は、圧力が不十分であると、ガラス繊維中へのポリプロピレンコンパウンドの含浸が不十分となり、所望の難燃性や力学的強度が得られないからである。一方、圧力が過剰であると、ガラス繊維の破損が生じ、所望の力学的強度が得られないからである。加圧下での冷却固化におけるウェブの冷却温度は、ポリプロピレンの凝固点以下であれば良い。ハンドリング性、生産性の点から、室温~60 $^{\circ}$ Cが好ましい。なお、ウェブをシート化する工法としては、通常のバッチ式の間欠プレス法、あるいはテフロンベルトやスチールベルトを用いた連続プレス法等の公知のあらゆる工法が適用可能である。

【0031】〔スタンパブルシート成形品の製造方法〕上述のようにして製造したスタンパブルシートを、加熱膨張し、圧縮成形することにより、所望の形状のスタンパブルシート成形品が得られる。ここで、成形時のスタンパブルシートの加熱温度は、170~230 $^{\circ}$ C、より好ましくは190~220 $^{\circ}$ Cとすることが好ましい。この理由は、その加熱温度が230 $^{\circ}$ Cを超えるとポリプロピレンが熱分解による劣化によって着色し、強度の低下を招くからである。また、成形圧力は、成形品形状により異なるが、通常、0.1~100 $\text{kgf}/\text{cm}^2$ とすることが好ましい。この理由は、過剰の圧力では、ガラス繊維を破断させるおそれがあるからである。金型温度は、ポリプロピレンの凝固点以下であれば良い。ハンドリング性、生産性の点から、室温~60 $^{\circ}$ Cが好ましい。なお、金型のクリアランスを、シートの理論密度から計算される厚み以上にするように調整することで、比強度、比剛性の高い、膨張成形品を得ることができる。また成形時に、シートを流動させ、フロー成形品を得ることもできる。

【0032】

【実施例】以下、具体的な実施例により本発明を説明する。

<使用原料>

- ・ポリプロピレン：住友化学工業（株）製 ポリプロピレン（メルトフローレイト65g/10分、JIS K7199に準拠、試験温度230 $^{\circ}$ C、荷重2.16 $\text{kgf}$ ）
- ・ガラス繊維：日本電気硝子（株）製 Eガラス繊維（繊維径13 $\mu$ m $\phi$ 、長さ25mmの繊維を40重量%と、繊維径17 $\mu$ m $\phi$ 、長さ25mmの繊維を60重量%の混合品）
- ・難燃化剤
- ・デカブロモジフェニルエーテル（DBDE）：東ソー（株）製
- ・三酸化二アンチモン：東ソー（株）製
- ・水酸化マグネシウム：協和化学工業（株）製 キスマ
- ・赤リン：日本化学（株）製 ヒシガードマスター
- ・膨張黒鉛：東ソー（株）製

(6)

特開平11-60837

9

10

【0033】＜ポリプロピレンコンパウンドの製造＞ポリプロピレン、水酸化マグネシウム、ハロゲン化合物、酸化アンチモン、赤リン、膨張黒鉛を所定の比率で混合した後、2軸押し出し機（東芝機械（株）製TEM 35B、シリンダー温度 210℃、スクリー回転数50rpm）で混練し、ストランドを水冷し、約3mmφ×約3mmLのペレットを得た。こうして得たペレットを、粉碎温度を変化させて2mmφの多孔スクリーン付き粉碎機（朋来鉄工所（株）製UM280）にジャケットを付け、温度制御できるように改良した）で粉碎し、ポリプロピレンコンパウンド 10の製造した。その際の処理速度と、スクリーンの目詰まり（閉塞）を観測した。

【0034】＜抄紙法スタンパブルシートの製造＞ポリプロピレンコンパウンドとガラス繊維の混合物25gを、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム 0.8wt%水溶液 10l中で攪拌して起泡させ、分散液を調製した。次に、この分散液を抄紙面積25cm×25cmの抄紙機に流し込み、吸引して脱泡し、目付400g/㎡のウェブを製造した後、120℃で1時間乾燥した。そして、ウェブを210℃で加熱した後、25℃の冷却盤間に配置し、10 kPa/cm<sup>2</sup>の圧力 20でプレスし、固化した緻密なスタンパブルシートを製造した。こうして製造したシートを9分割して秤量し、目付のバラツキを測定した。

【0035】＜難燃性の評価：ライター試験＞サンプル（25mm幅×100mm長さ）を水平に保持し、空気中で、そのサンプルの端にライターの炎を10秒間接触させて点火する。そして、炎を離した後、炎が消えるまでの時間（消炎時間）を測定し、難燃性を評価した。

【0036】（実施例1）ポリプロピレン 100重量部に対し、水酸化マグネシウム 100重量部の割合で混練し、約3mmφ×約3mmLのペレットを得た。こうして得たペレットを、スクリーンメッシュ付き粉碎機を用いて25℃で粉碎し、2mmメッシュ以下のポリプロピレンコンパ 30ンドを製造した。このとき、2mmメッシュ以下のポリプロピレンコンパウンドを得るのに要するペレット1キログラムの粉碎時間は13分であった。また、終了後スクリーンメッシュを観察したところ、目詰まりした部分は全孔の内の5%であった。上記ポリプロピレンコンパウンド8.7gとガラス繊維16.3gを用いて抄紙しシート化することにより（ガラス繊維含有量65.2wt%）、スタンパブルシート（厚み0.35mm）を作成した。このとき、シート内の目付のバラツキは13%〔（3×標準偏差）/平均値〕×100〕であった。また、試験片のライター試験を行ったところ、3秒で消炎した。

【0037】（実施例2～15、比較例1～3）ポリプロピレン 100重量部に対する難燃化剤の種類と含有量、ならびに粉碎機による粉碎温度を表1に示すように変化させたこと以外は、実施例1と同様にしてスタンパブルシート（厚み約0.35mm）を作成した。2mmメッシュ以下のポリプロピレンコンパウンドを得るのに要する粉碎時間、スクリーンメッシュの目詰まり状態、目付のバラツキ、ライター試験の結果をそれぞれ表1に示す。

【0038】この表1に示す結果から明らかなように、本発明の方法によって、目付のバラツキの少ない、すなわち均質であり、かつ難燃性に優れたスタンパブルシートを安定的に製造することが可能である。比較例3では、ペレットの内の10%程度は、ペレタイズの際に破損していた。また、抄紙時にウェブから脱落した大量の水酸化マグネシウムが観測された。

【0039】（比較例4）実施例1で得たペレットを粉碎せず、そのままポリプロピレンコンパウンドとして使用したこと以外は、実施例1と同様の方法で抄紙した。その結果、シート内にペレットが混在し、シート化することができなかった。

【0040】

〔表1〕

(7)

特開平11-60837

11

12

	燃 焼 試 験				燃 焼		コンパウンド	シート 目付 パラファ	5分・試験 燃焼時間 (分)
	水酸化ナトリウム (重量%)	炭素 (重量%)	酸素 (重量%)	窒素 (重量%)	灰分 (重量%)	温度 (℃)			
1	100	0	0	0	0	25	1.8	13	35
2	200	0	0	0	0	25	1.7	13	21
3	50	0	0	0	0	25	1.8	13	49
4	100	1	0	0	0	25	1.8	12	30
5	100	25	0	0	0	25	1.8	13	25
6	100	50	0	0	0	25	1.8	12	20
7	100	25	1	0	0	25	1.7	12	21
8	100	25	25	0	0	25	1.7	13	15
9	100	25	50	0	0	25	1.7	12	11
10	100	25	0	1	0.2	25	1.8	13	15
11	100	25	0	14	4.8	25	1.8	13	燃焼せず
12	100	25	0	30	10	25	1.8	13	燃焼せず
13	100	25	25	14	4.6	25	1.8	13	燃焼せず
14	100	0	0	0	0	38	1.8	12	35
15	100	0	0	0	0	5	1.8	13	35
16	0	0	0	0	0	25	1.9	13	燃焼せず
17	25	0	0	0	0	25	1.8	13	燃焼せず
18	250	0	0	0	0	25	1.7	13	30
19	100	0	0	0	0	—	—	—	—

燃焼試験：ポリプロピレン 100重量部に対する量

時間：11分プログラムで燃焼したときの所定時間

比較例3：ペレットのうち10%程度はペレット化時に破損、抄紙時にクエアから多量の水酸化ナトリウムが脱落

比較例4：ペレットが溶化しているためシート化できず

[0041]

【発明の効果】以上説明したように本発明によれば、室温での粉砕によっても、粉砕機のメッシュ目詰まりが少なく容易に製造し得る、抄紙法スタンパブルシートに用いて好適な難燃化ポリプロピレンコンパウンドを提供することができる。しかも本発明の難燃化ポリプロピレン

コンパウンドを用いれば、難燃性に優れかつ目付が均一な、抄紙法スタンパブルシートおよびスタンパブルシート成形品を確実に提供することができる。従って、本発明のスタンパブルシートおよびその成形品は、難燃性に優れているので、自動車内装部材や建材等の用途に用いて有利である。

(8)

特開平11-60837

フロントページの続き

(51)Int.Cl.<sup>°</sup>

C 0 8 J 5/18

C 0 8 K 3/02

3/04

3/22

3/32

5/02

7/14

// B 2 9 K 23:00

識別記号

CES

FI

C 0 8 J 5/18

C 0 8 K 3/02

3/04

3/22

3/32

5/02

7/14

CES